

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1 (a) OR (b)

Aktenzeichen: 102 31 037.8

Anmeldetag: 09. Juli 2002

Anmelder/Inhaber: Heraeus Tenevo AG, Hanau/DE

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung einer
Vorform aus synthetischem Quarzglas mittels
plasmaunterstütztem Abscheideverfahren

IPC: C 03 B 37/018

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 03. Juli 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Jerofsky

Patentanmeldung

Heraeus Tenevo AG

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung einer Vorform aus synthetischem Quarzglas mittels plasmaunterstütztem Abscheideverfahren

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Vorform aus synthetischem Quarzglas mittels plasmaunterstütztem Abscheideverfahren, indem einem mehrdüsigen Abscheidebrenner ein Medienstrom enthaltend ein Glasausgangsmaterial und ein Trägergas zugeführt wird, das Glasausgangsmaterial mittels des Abscheidebrenners in eine Plasmazone eingebracht und darin unter Bildung von SiO_2 -Partikeln oxidiert wird, und die SiO_2 -Partikel auf einer Ablagerungsfläche abgeschieden und dabei direkt verglast werden.

15 Weiterhin betrifft die Erfindung eine Vorrichtung, umfassend eine Anregungsquelle zur Erzeugung einer Plasmazone, und einen eine Mittelachse aufweisenden mehrdüsigen Abscheidebrenner, der mit einer Mediendüse für die Zufuhr eines Medienstroms zu der Plasmazone versehen ist.

Für die Herstellung von Lichtleitfaservorformen für kommerzielle Anwendungen sind Verfahren zur Abscheidung von SiO_2 -Partikeln aus der Gasphase unter den Bezeichnungen OVD (Outside Vapor Deposition), MCVD (Modified Chemical Vapor Deposition) und VAD (Vapor Axial Deposition) bekannt. In der Regel erfolgt die Herstellung der SiO_2 -Partikel durch Flammenhydrolyse siliziumhaltiger Glasausgangsstoffe in der Knallgasflamme eines Abscheidebrenners. Es ist aber auch bekannt, siliziumhaltige Glasausgangsstoffe unter Unterstützung eines Plasmas zu oxidieren und die so erzeugten SiO_2 -Partikel anschließend auf einem Träger abzuscheiden.

Ein plasmaunterstütztes OVD-Verfahren zur Herstellung eines Mantelglases aus Fluor dotiertem Quarzglas für eine Vorform für optische Fasern wird in der JP-A 61151031 beschrieben. Es wird vorgeschlagen, mittels eines mehrdüysigen Knallgasbrenners ein siliziumhaltiges Ausgangsmaterial unter Bildung von SiO_2 -

- 5 Partikeln zu hydrolysieren und die erzeugten SiO_2 -Partikel anschließend einer Plasmaflamme zuzuführen, die mit einem Hochfrequenzplasmabrenner erzeugt wird. Aufgrund der hohen Temperaturen werden die auf einem rotierenden Träger abgeschiedenen Partikel sofort verglast und dadurch der ansonsten leicht flüchtige Dotierstoff Fluor in der Glasschicht gebunden (diese Methode wird im Folgenden auch als „Direktverglasen“ bezeichnet).

- Ein ähnliches Verfahren zur Herstellung einer Vorform für optische Fasern ist in der US-A 5,154,745 beschrieben. Darin wird vorgeschlagen, zunächst einen Vorformkern aus Quarzglas mit höherem Brechungsindex herzustellen und auf diesem anschließend ein Mantelglas aus fluordotiertem Quarzglas abzuschneiden, wobei die Abscheidung unter Einsatz eines Plasmabrenners und unter direkter Verglasung der abgeschiedenen, fluorhaltigen SiO_2 -Partikel erfolgt.

- Ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Gattung sind aus der DE-A 25 36 457 bekannt. Darin wird ein Verfahren zur Herstellung von synthetischem Quarzglas durch Oxidieren einer wasserstofffreien Siliziumverbindung, der zur Fluordotierung Difluormethan hinzugefügt wird, beschrieben. Die Siliziumverbindung wird als glasige Masse auf einem hitzebeständigen Träger abgeschieden, wobei der Gasstrom durch einen induktionsgekoppelten Plasmabrenner hindurchgeleitet wird.

- Die hierfür eingesetzte Vorrichtung umfasst einen induktionsgekoppelten Plasmabrenner mit drei konzentrisch zueinander angeordneten, abgestuften Quarzglasrohren, von denen das äußere Rohr das längste, und das innere Rohr das kürzeste ist.

- Das plasmaunterstützte SiO_2 -Abscheideverfahren kann unter wasserstofffreier Atmosphäre erfolgen, wodurch ein Einbau von Hydroxylgruppen in das Quarzglas der Vorform weitgehend vermieden wird. Dadurch wird beim Direktverglasen ohne

weitere Nachbehandlung (im Unterschied zum sogenannten „Sootverfahren“) ein hydroxylarmer Quarzglaskörper erhalten, der auch für die Herstellung kernnaher Bereiche einer Vorform für optische Fasern geeignet ist. Allerdings ist die Abscheideeffizienz bei den bekannten Plasma-Abscheideverfahren im allgemeinen
5 gering, und es besteht daher ein fortwährendes Bedürfnis, die Abscheideeffizienz dieser Verfahren zu verbessern.

Insoweit liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, die Abscheideeffizienz bei einem plasmaunterstützten SiO_2 -Abscheideverfahren zu erhöhen.

Die aus der JP-A 61151031 bekannte Vorrichtung zur plasmaunterstützten Abscheidung von SiO_2 -Partikeln auf einem rotierenden Quarzglasstab besteht aus
10 einem Hochfrequenz-Plasmabrenner, der eine Plasmaflamme im Bereich der Oberfläche eines um seine Längsachse rotierbaren Kernglasstabs erzeugt, und aus einem mehrdüsigem Flammhydrolysebrenner, mittels dem SiO_2 -Partikel durch
15 Flammenhydrolyse gebildet und der Plasmaflamme zugeführt werden, so dass eine Abscheidung einer fluordotierten Quarzglasschicht auf dem Kernglasstabs erreicht wird. Durch den Einsatz eines Flammhydrolysebrenners in Verbindung mit dem Plasmabrenner wird zwar eine Verbesserung der Abscheiderate erreicht. Allerdings wird wegen des Einsatzes eines Knallgasbrenners und der dabei ablaufenden Hydrolysereaktion zwangsläufig der Nachteil in Kauf genommen, dass die
20 abgeschiedene Schicht große Mengen Hydroxylgruppen enthält, die die Einsatzmöglichkeiten der so hergestellten Vorform einschränken.

Der Erfindung liegt daher auch die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung anzugeben, mittels der eine verbesserte Abscheiderate bei der plasmaunterstützten Abscheidung von SiO_2 -Partikeln auf einer Ablagerungsfläche ermöglicht wird, ohne
25 dass hierfür ein Flammhydrolysebrenner eingesetzt wird.

Hinsichtlich des Verfahrens wird die obengenannte Aufgabe ausgehend von dem Verfahren der eingangs genannten Gattung erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass der Medienstrom mittels des Abscheidebrenners in Richtung auf die Plasmazone fokussiert wird.

Der Medienstrom enthält mindestens ein oxidierbares Glasausgangsmaterial und ein Trägergas dafür. Das Trägergas dient zum einen dem Transport des Glasausgangsmaterials, wenn dieses beispielsweise in dampfförmiger Form vorliegt.

Außerdem wird die Plasmaflamme durch das aus dem Abscheidebrenner aus-

- 5 strömende Trägergas in einem vorgegebenen Abstand zum Abscheidebrenner gehalten und so Überschläge von der Plasmazone in den Bereich des Abscheidebrenners vermieden. Mit dem Medienstrom kann auch der zur Oxidation des Glasausgangsmaterials notwendige Sauerstoff – oder ein Teil davon - in die Plasmazone eingebracht werden. In der Plasmazone wird das Plasma gezündet
10 und das Glasausgangsmaterial durch Reaktion mit Sauerstoff zu SiO_2 -Partikel oxidiert.

Da der Medienstrom wasserstofffrei ist, kann ein wasserstofffreies Plasma erzeugt und so die Bildung von Hydroxylgruppen durch Reaktion mit Sauerstoff in der Plasmazone vermieden werden, so dass die sich bildenden SiO_2 -Partikel im

- 15 Wesentlichen frei von Hydroxylgruppen sind. Die Gegenwart von Wasser in der Plasmazone, etwa bedingt durch einen Luftzutritt, ist hierbei möglichst zu vermeiden.

Eine wesentliche Weiterbildung des eingangs erläuterten, bekannten Verfahrens im Hinblick auf die Verbesserung der Abscheideeffizienz besteht darin, dass der

- 20 Medienstrom nicht einfach in die Plasmazone eingeleitet, sondern in Richtung auf die Plasmazone fokussiert wird. Denn es hat sich überraschend gezeigt, dass durch eine Fokussierung des Medienstromes in Richtung auf die Plasmazone eine stabilere Gasführung erreicht wird, die die Aufrechterhaltung von Lage und Größe der Plasmazone erleichtert, und dass die Menge an Trägergas – im Vergleich zur
25 nicht fokussierenden Verfahrensweise – deutlich reduziert werden kann.

Der Trägergasstrom trägt zur Einstellung des Abstandes zwischen der Plasmazone und dem Brennermund des Abscheidebrenners bei. Ein ausreichend starker Trägergasstrom vermeidet ein Wandern der Plasmaflamme in Richtung auf den Brennermund und verhindert damit elektrische Überschläge sowie Ablagerungen

- 30 von SiO_2 -Partikeln und eine übermäßige thermische Belastung im Bereich des

Brennermundes. Die Erfindung ermöglicht eine Reduzierung des Trägergasstroms unter Beibehaltung dieser Funktionen.

Die Reduzierung der Trägergasmenge im Medienstrom wirkt sich in mehrfacher Hinsicht vorteilhaft aus. Zum einen wird bei gleicher Menge die Konzentration an

- 5 Glasausgangsmaterial im Medienstrom erhöht und auf die Plasmazone fokussiert, so dass weniger Glasausgangsmaterial am Plasma vorbeigeführt wird und dadurch die Umsetzung verbessert wird. Zum anderen wird die mit dem Trägergasstrom einhergehende Abkühlung der Plasmaflamme vermindert. Die – im Vergleich zur nichtfokussierenden Verfahrensweise – höhere Temperatur der Plasmaflamme trägt ebenfalls zu einer Verbesserung des Umsetzungsgrades des
- 10 Glasausgangsmaterial und damit zu einer Erhöhung Abscheiderate bei.

Die Fokussierung in Richtung auf die Plasmazone wird durch eine geeignete Gasführung des Medienstromes erreicht. Hierzu wird ein fokussierender Abscheidebrenner eingesetzt, der eine Mediendüse zur Zufuhr des Medienstroms in die

15 Plasmazone aufweist, die entweder unterhalb der Düsenöffnung eine in Richtung auf die Plasmazone geneigte Wandung aufweist, oder die sich in Richtung auf die Plasmazone verjüngt. Der Fokus des Medienstroms befindet sich in jedem Fall innerhalb der Plasmazone oder im Bereich zwischen Abscheidebrenner und Plasmazone.

- 20 Besonders einfach gestaltet sich die Verfahrensvariante, bei der der Medienstrom mittels einer sich in Richtung auf die Plasmazone verjüngenden Mediendüse des Abscheidebrenners auf die Plasmazone fokussiert wird. Bei der Mediendüse kann es sich um die Mitteldüse des Abscheidebrenners handeln, oder um eine sich in Richtung auf die Plasmazone verjüngende, ringspaltförmige Düse, oder
- 25 um mehrere, um die Mittelachse verteilte Einzeldüsen, die sich in Richtung auf die Plasmazone verjüngen. Die Verjüngung der Mediendüse beginnt in einem Bereich unterhalb der Düsenöffnung und bewirkt eine Fokussierung des Medienstromes in den Bereich der Plasmazone, wie oben erläutert.

- Als besonders günstig hat es sich erwiesen, wenn der Medienstrom beim Austritt
- 30 aus der Mediendüse von einem sauerstoffhaltigen Arbeitsgasstrom, der eine ge-

ringere Strömungsgeschwindigkeit als der Medienstrom aufweist, umhüllt wird. Der Arbeitsgasstrom dient zur Abschirmung und zur Kühlung des Brennermundes gegenüber dem heißen Plasma, und gleichzeitig wird über den sauerstoffhaltigen Arbeitsgasstrom mindestens ein Teil des zur Bildung der SiO_2 -Partikel erforderlichen Sauerstoffs bereitgestellt. Dadurch, dass der sauerstoffhaltige Arbeitsgasstrom mit geringerer Strömungsgeschwindigkeit als der Medienstrom aus dem Abscheidebrenner austritt, wird eine Einwirkung auf den Medienstrom weitgehend vermieden, so dass dessen Fokussierung auf die Plasmazone erhalten bleibt.

Diese Wirkung des Arbeitsgasstrom wird noch verbessert, wenn der Arbeitsgasstrom aus einer ersten, als Diffusor ausgebildeten Arbeitsgasdüse des Abscheidebrenners turbulent austritt. Die Turbulenz der Gasströmung wird hierbei mindestens in den Bereich nach Austritt aus der Arbeitsgasdüse durch eine ausreichend hohe Strömungsgeschwindigkeit erreicht. Durch den turbulent austretenden Arbeitsgasstrom wird gewährleistet, dass der auf die Plasmazone fokussierte Medienstrom weniger beeinflusst wird, als dies bei einem laminaren und ebenfalls fokussierten Arbeitsgasstrom der Fall wäre. Zur Erleichterung der Einstellung von Turbulenz ist die Arbeitsgasdüse als Diffusor ausgebildet, der Diffusor kann auf den in der Strömungstechnik dafür allgemein bekannten Bauprinzipien beruhen. Wesentlich ist, dass dadurch eine turbulente Arbeitsgasströmung erzeugt wird, die den Medienstrom nicht oder wenig beeinflusst. Hierfür kann beispielsweise der Öffnungsquerschnitt der Arbeitsgasdüse von einem Bereich von unterhalb der Düsenöffnung bis zur Düsenöffnung erweitert sein. Durch die Erweiterung wird der Turbulenzgrad des aus der Arbeitsgasdüse austretenden Arbeitsgasstromes vergrößert.

Es wird eine Verfahrensweise bevorzugt, bei der der Arbeitsgasstrom beim Austritt aus der Arbeitsgasdüse von mindestens einem sauerstoffhaltigen Trenngasstrom umhüllt wird, der aus einer die Arbeitsgasdüse coaxial umgebenden Ringspaltdüse austritt. Der Trenngasstrom dient in erster Linie zur Kühlung und Abschirmung des Brennermundes von dem heißen Plasma. Hierzu weist der Trenngasstrom eine höhere Strömungsgeschwindigkeit auf als der Arbeitsgasstrom- Außerdem wird durch den Trenngasstrom ein Teil des in der Plasma-

zone benötigten Sauerstoffs bereitgestellt. Arbeitsgasstrom und Trenngasstrom können unabhängig voneinander eingestellt werden, so dass insoweit Größe und Lage der Plasmazone in gewissen Grenzen flexibel vorgegeben werden können.

Vorzugsweise wird die Plasmazone mittels Hochfrequenzanregung innerhalb ei-

- 5 nes Brennerrohres erzeugt, in das ein Gemisch aus Medienstrom und Arbeitsgasstrom eingeleitet wird. Durch diese Verfahrensweise wird gewährleistet, dass sich Medienstrom und Arbeitsgas bereits vor der Plasmazone in einem gewissen Maße vermischen, so dass innerhalb der Plasmazone eine effektive Reaktion zwischen dem sauerstoffhaltigen Arbeitsgas und dem Glasausgangsmaterial
- 10 stattfindet und wenig unreaktiertes Glasausgangsmaterial außerhalb der Plasmazone gelangt.

Besonders bewährt hat es sich, dass der Medienstrom Siliziumtetrachlorid (SiCl_4) und als Trägergas Stickstoff enthält.

- Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich besonders zur Herstellung von fluor-
- 15 ordotiertem Quarzglas. Hierzu wird ein Glasausgangsmaterial eingesetzt, das eine fluorhaltige Komponente enthält.

- Hinsichtlich der Vorrichtung wird die oben angegebene Aufgabe ausgehend von der Vorrichtung der eingangs genannten Gattung erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die Mediendüse fokussierend in Richtung auf die Plasmazone ausgebildet ist.
- 20

- Durch diese Ausbildung der Mediendüse wird gewährleistet, dass der Medienstrom beim Austritt aus dem Abscheidebrenner in Richtung auf die Plasmazone fokussiert wird. Durch die Fokussierung des Medienstromes in Richtung auf die Plasmazone wird eine stabilere Gasführung erreicht, was die Aufrechterhaltung
- 25 von Lage und Größe der Plasmazone erleichtert, und eine Verringerung der Menge an Trägergas – im Vergleich zur nicht fokussierenden Verfahrensweise – ermöglicht, ohne dass dadurch die Plasmaflamme in Richtung auf den Abscheidebrenner zuwandert und dabei elektrische Überschlüge und SiO_2 -Ablagerungen oder eine übermäßige thermische Belastung der Mediendüse verursacht.

Hinsichtlich der Vorteile einer Reduzierung der Trägergasmenge im Medienstrom wird auf die obigen Erläuterungen zum erfindungsgemäßen Verfahren verwiesen.

Die in Richtung auf die Plasmazone fokussierende Mediendüse weist entweder unterhalb der Düsenöffnung eine in Richtung auf die Plasmazone geneigte Wandung auf, oder sie verjüngt sich in einem Bereich unterhalb der Düsenöffnung in Richtung auf die Plasmazone.

Insbesondere wegen der einfachen Handhabung und Herstellung wird die zuletzt genannte Ausgestaltung bevorzugt, bei der sich die Mediendüse in einem Verjüngungsbereich in Richtung auf die Plasmazone verjüngt. Bei der Mediendüse kann es sich um die Mitteldüse des Abscheidebrenners handeln, oder um eine sich in Richtung auf die Plasmazone verjüngende, ringspaltförmige Düse, oder um mehrere, um die Mittelachse verteilte Einzeldüsen, die sich in Richtung auf die Plasmazone verjüngen. Die Verjüngung der Mediendüse beginnt in einem Bereich unterhalb der Düsenöffnung und bewirkt eine Fokussierung des Medienstromes in den Bereich der Plasmazone, wie oben erläutert.

Hierbei hat es sich als besonders günstig erwiesen, wenn der Verjüngungsbereich eine Länge von mindestens von 5 mm, vorzugsweise von mindestens 8 mm aufweist. Durch einen Verjüngungsbereich dieser Länge wird eine ausreichende fokussierende Gasführung gewährleistet.

Bei einer bevorzugten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung weist die Mediendüse eine Düsenöffnung mit einem Durchmesser im Bereich zwischen 4,5 mm und 6,5 mm, vorzugsweise im Bereich zwischen 5,0 mm und 6,0 mm auf. Hierbei ist die Mediendüse als zentrale Mitteldüse des Abscheidebrenners ausgebildet.

Es hat sich gezeigt, dass mit einer Düsenöffnung im angegebenen Bereich eine optimale Fokussierung und eine Optimierung der Abscheiderate erreicht wird.

In einer bevorzugten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die Mediendüse als zentrale Mitteldüse ausgebildet und coaxial von einer ringspaltförmigen Arbeitsgasdüse, die als Diffusor ausgebildet ist und sich in einem Er-

weiterungsbereich in Richtung auf die Plasmazone kontinuierlich erweitert, umgeben.

Durch die die Mitteldüse umgebende Arbeitsgasdüse wird ein Arbeitsgasstrom eingeleitet, der die Fokussierung des Mediengasstroms möglichst wenig beeinträchtigt.

5 trächtigt. Hierzu ist die Arbeitsgasdüse als Diffusor ausgebildet, der sich in einem Erweiterungsbereich in Richtung auf die Plasmazone kontinuierlich erweitert.

Durch die Erweiterung wirkt die Arbeitsgasdüse als Diffusor, so dass der Turbulenzgrad des aus der Arbeitsgasdüse austretenden Arbeitsgasstromes im Bereich der Düsenöffnung zunimmt. Dadurch wird erreicht, dass der weiter innen austretende, fokussierte Mediengasstrom weniger beeinträchtigt wird, als dies bei einem gerichteten Arbeitsgasstromes der Fall wäre.

10

Bewährt hat es sich, wenn der Erweiterungsbereich eine Länge von mindestens 5 mm, vorzugsweise von mindestens 8 mm aufweist. Durch einen Diffusor der angegebenen Länge wird ein ausreichender Turbulenzgrad im Bereich des Arbeitsgasstromes erreicht.

15

Weiterhin hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn die Mediendüse eine Düsenöffnung aufweist, die in einer ersten, senkrecht zur Mittelachse verlaufenden Düsenebene verläuft, und wenn die Arbeitsgasdüse eine Düsenöffnung aufweist, die in einer zweiten, senkrecht zur Mittelachse verlaufenden Düsenebene verläuft, wobei - in Strömungsrichtung gesehen - die erste Düsenebene der zweiten Düsenebene um eine Länge zwischen 5 mm und 35 mm, vorzugsweise zwischen 13 mm und 23 mm, vorgelagert ist.

20

Die Öffnung der Arbeitsgasdüse und die Öffnung der Mediendüse weisen hierbei einen Abstand zueinander auf. Es hat sich gezeigt, dass der Abstand Einfluss auf die Ablagerung von SiO_2 -Partikeln auf dem Brennermund hat. Durch die Vorlagerung der ersten Düsenebene im genannten Bereich wird eine zu frühe Partikelbildung und damit Ablagerungen auf dem Düsenrand verhindert.

25

Es hat sich bewährt, dass die Mediendüse von einem Quarzglasrohr gebildet wird. Ein Quarzglasrohr zeichnet sich durch hohe chemische und thermische Stabilität aus. Außerdem wird ein Eintrag von Verunreinigungen in die Plasmazone weitge-

30

hend vermieden. Im Hinblick hierauf hat es sich auch als günstig erwiesen, dass die Mediendüse in ein Brennerrohr aus Quarzglas mündet, das die Plasmazone umgibt.

- In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist ein zentrales Innenrohr vorgesehen, das die Mediendüse bildet, und mindestens zwei das Innenrohr koaxial umgebene Außenrohre, die Ringspaltdüsen oder kreisförmigen Düsen für die Zufuhr von Sauerstoff zu der Plasmazone bilden. Die Düsen des Abscheidebrenners werden dabei durch mehrere koaxial zueinander angeordnete Rohre gebildet, wobei die Düsenöffnungen auf unterschiedlicher Höhe liegen können. Sie sind daher als Ringspalt, oder - im Fall eines alle inneren Düsen überragenden Außenrohres – kreisförmig in ihrem über die inneren Düsen hinausragenden Bereich ausgebildet. Letztere Düsen werden im Folgenden auch als „Ringspaltdüsen“ bezeichnet. Ein derartiger Abscheidebrenner ist konstruktiv einfach aufgebaut und kostengünstig herstellbar. Nachfolgend wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels und einer Zeichnung näher erläutert. In der Zeichnung zeigen im einzelnen in schematischer Darstellung

Figur 1 eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung zum Einsatz beim Herstellen einer Vorform für optische Fasern in einer Seitenansicht und

- Figur 2** eine Ausführungsform einer gegenüber Figur 1 abgewandelten Vorrichtung in einer Seitenansicht.

Beispiel

- Die in Figur 1 dargestellte Vorrichtung wird zur Herstellung einer Vorform für optische Fasern eingesetzt, die einen Kern aus undotiertem Quarzglas und einen Mantel aus fluordotiertem Quarzglas aufweist.

Die Vorrichtung besteht aus einem Plasmabrenner, dem insgesamt die Bezugsziffer 1 zugeordnet ist, und aus einem Brennerrohr 2 aus Quarzglas, innerhalb dem mittels einer Hochfrequenzspule 3 ein Plasma 4 gezündet wird.

Der Plasmabrenner 1 umfasst ein Innenrohr 5 aus Quarzglas, über das dem Plasma 4 Glasausgangsmaterial (SiCl_4 und SF_6 zur Fluordotierung) und ein Trägergas in Form von Stickstoff zugeführt werden. Die dem Plasma 4 zugewandte Öffnung des Innenrohres 5 weist einen Konus 6 auf, der eine sich in Richtung auf das Plasma 4 verjüngende Mediendüse 7 ausbildet. Der Fokus 8 der Mediendüse 7 liegt knapp unterhalb des Plasmas 4 auf der Längsachse 9 des Plasmabrenners 1. In seinem zylindrischen Bereich beträgt der Durchmesser des Innenrohres 5 etwa 10 mm, der Öffnungs-Durchmesser der Mediendüse 7 liegt bei 5,2 mm und die durch den Pfeil 10 angezeigte Länge des Konus 6 beträgt ca. 10 mm.

Das Innenrohr 5 ist coaxial von zwei Rohren 11; 12 aus Edelstahl umgeben. In den Ringspalt 13 zwischen innerem Edelstahl-Rohr 11 und Innenrohr 5 wird Arbeitsgas in Form von Sauerstoff eingeleitet. Der Ringspalt 13 erweitert sich im Bereich der oberen, dem Plasma 4 zugewandten Düsenöffnung unter Ausbildung eines Diffusors 14. Da sich diese Erweiterung durch die konische Verjüngung des Innenrohres 5 ergibt, sind die Längen von Erweiterung und Konus 6 identisch (Pfeil 10). Der Abstand „A“ zwischen der Düsenöffnung des inneren Edelstahl-Rohres 11 (Diffusor 14) und der Mediendüse 7 beträgt 23 mm. In seinem zylindrischen Teil liegt die Spaltweite des Ringspalts 13 bei etwa 6 mm.

In den Ringspalt 16 zwischen innerem Rohr 11 und äußerem Rohr 12 wird Trenngas in Form von Sauerstoff eingeleitet. Das Trenngas dient in erster Linie zur Kühlung und Abschirmung des Plasmabrenners 1 gegenüber dem heißen Plasma. Die Spaltweite des Ringspalts 16 beträgt etwa 3 mm. Die dem Plasma zugewandte Öffnung des Ringspalts 16 bildet eine in Richtung auf das Plasma 4 offene Außendüse 17, wobei das äußere Rohr 12 das innere Rohr 11 um etwa 13 mm in Richtung auf das Plasma 4 überragt.

Das Innere des Brennerrohres 2 ist gegenüber der Außenatmosphäre abgeschlossen, wie dies durch den Dichtungsring 18 angedeutet ist. In einer alternativen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird in den Ringspalt 19 zwischen Brennerrohr 2 und äußerem Rohr 12 zusätzliches Arbeitsgas in Form von Sauerstoff eingeleitet.

Im Folgenden wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand der in Figur 1 gezeigten Vorrichtung beispielhaft beschrieben:

Dem Innenrohr 5 werden 40 g/min SiCl_4 + SF_6 und 7 l/min Stickstoff zugeführt.

Dadurch gelingt es, das Plasma 4 in einem Abstand von etwa 20 mm vom Brennmund (Rand der Außendüse 17) zu halten. Außerdem werden in den Ringspalt 13 40 l/min Arbeitsgas-Sauerstoff und in den Ringspalt 16 70 l/min Trenngas-Sauerstoff eingeleitet.

Im Bereich des Plasma 4 wird SiCl_4 zu SiO_2 -Partikeln oxidiert und diese werden auf der Zylindermantelfläche eines um seine Längsachse 20 rotierenden Kernglasstabs 21 abgeschieden und dabei direkt verglast. Durch eine zyklisch reversierende Bewegung des Plasmabrenners 1 entlang der Zylindermantelfläche wird schichtweise eine Vorform für eine optische Faser aufgebaut. Zur Erzeugung eines fluordotierten Mantelglases der Vorform (Quarzglas mit 5 Gew.-% Fluor) wird dem SiCl_4 zusätzlich SF_6 als Fluorquelle beigemischt.

Dadurch, dass mit wasserstofffreiem Plasma gearbeitet wird, wird eine Vorform erhalten, die im wesentlichen frei von Hydroxylgruppen ist. Der OH-Gehalt im fluordotierten Mantelbereich der Vorform beträgt etwa 4 Gew.-ppm. Wesentlich ist auch, dass sich beim erfindungsgemäßen Verfahren eine vergleichsweise hohe Abscheideeffizienz des eingesetzten Rohstoffes ergibt, die um 100 % höher liegt als beim nachfolgend anhand eines Vergleichsbeispiels beschriebenen Verfahren.

Diese hohe Abscheideeffizienz ergibt sich allein durch die Fokussierung des Medienstromes in Richtung auf das Plasma 4 und die strömungstechnische Wirkung des Diffusors 14. Dies zeigt folgendes Vergleichsbeispiel:

Vergleichsbeispiel

Zur Herstellung einer Vorform wird die in Figur 2 dargestellte Vorrichtung eingesetzt. Diese unterscheidet sich von der Vorrichtung nach Figur 1 nur im Plasmabrenner 23, genauer einzig und allein in der Ausbildung des Innenrohres 25.

Hinsichtlich der Ausbildung des Innenrohres 25 besteht der Unterschied zu der Vorrichtung nach Figur 1 darin, dass das Innenrohr 25 hier über seine gesamte Länge zylinderförmig mit einem Innendurchmesser von 10 mm ausgebildet ist. Daher weist auch der an das Innenrohr 25 angrenzenden Ringspalt 23 keinen sich

5 konisch sich nach außen erweiternden Bereich aus, wie der Ringspalt 13 der Vorrichtung nach Figur 1. Der Abstand A zwischen den Düsenöffnungen von Innenrohr 25 und innerem Edelstahlrohr 11 beträgt 23 mm.

Die Vorrichtung nach Figur 2 wird in der gleichen Art und Weise zur Herstellung

10 einer Vorform eingesetzt, wie dies oben anhand Figur 1 beschrieben ist. Dem Innenrohr 25 werden 40 g/min SiCl_4 + SF_6 zugeführt. Dabei zeigt es sich jedoch, dass im Gegensatz zu dem Verfahren nach Beispiel 1 dem Innenrohr 25 nicht 7 l/min Stickstoff zugeführt werden müssen, um das Plasma 4 in einem Abstand von etwa 20 mm vom Brennermund (Rand der Außendüse 17) zu halten, sondern 20

15 l/min Stickstoff. Infolge der vergleichsweise hohen Stickstoffzufuhr kommt es zu einer verstärkten Dissipation des eingesetzten SiCl_4 im Plasma 4 und innerhalb des Brennerrohres 2 und außerdem zu einem verstärkten Kühlen des Plasmas 4. Die damit einhergehenden Material- und Energieverluste resultieren bei dieser Verfahrensweise in einer vergleichsweise geringen Abscheideeffizienz.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Vorform aus synthetischem Quarzglas mittels eines plasmaunterstützten Abscheideverfahrens, indem einem mehrdü-
sigen Abscheidebrenner ein wasserstofffreier Medienstrom enthaltend ein
Glasausgangsmaterial und ein Trägergas zugeführt wird, das Glasaus-
gangsmaterial mittels des Abscheidebrenners in eine Plasmazone einge-
bracht und darin unter Bildung von SiO_2 -Partikeln oxidiert wird, und die
 SiO_2 -Partikel auf einer Ablagerungsfläche abgeschieden und dabei direkt
verglast werden, dadurch gekennzeichnet, dass der Medienstrom mittels
des Abscheidebrenners (1) in Richtung auf die Plasmazone (4) fokussiert
wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Medien-
strom mittels einer sich in Richtung auf die Plasmazone (4) verjüngenden
Mediendüse (7) des Abscheidebrenners (1) auf die Plasmazone (4) fokus-
siert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Medien-
strom beim Austritt aus der Mediendüse (7) von einem sauerstoffhaltigen
Arbeitsgasstrom umhüllt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Arbeits-
gasstrom aus einer ersten, als Diffusor ausgebildeten Arbeitsgasdüse (14)
des Abscheidebrenners (1) turbulent austritt.
5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Ar-
beitsgasstrom beim Austritt aus der Arbeitsgasdüse (14) von mindestens ei-
nem sauerstoffhaltigen Trenngasstrom umhüllt wird, der aus einer die Ar-
beitsgasdüse (14) koaxial umgebenden Ringspaltdüse (17) austritt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Plasmazone (4) mittels Hochfrequenzanregung (3) innerhalb eines Brennerrohres (2) erzeugt wird, in das ein Gemisch aus Medienstrom und Arbeitsgasstrom eingeleitet wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Medienstrom Siliziumtetrachlorid (SiCl_4) und als Trägergas Stickstoff enthält.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Glasausgangsmaterial eine fluorhaltige Komponente enthält.
9. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 7, umfassend eine Anregungsquelle zur Erzeugung einer Plasmazone, und einen eine Mittelachse aufweisenden mehrdüysigen Abscheidebrenner, der mit einer Mediendüse für die Zufuhr eines Medienstroms zu der Plasmazone versehen ist, dadurch gekennzeichnet, dass die Mediendüse (7) fokussierend in Richtung auf die Plasmazone (4) ausgebildet ist.
10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass sich die Mediendüse (7) in einem Verjüngungsbereich (6) in Richtung auf die Plasmazone (4) verjüngt.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Verjüngungsbereich (6) eine Länge von mindestens 5 mm, vorzugsweise mindestens 8 mm aufweist.
12. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Mediendüse (7) eine Düsenöffnung mit einem Durchmesser im Bereich zwischen 4,5 mm und 6,5 mm, vorzugsweise im Bereich zwischen 5,0 mm und 6,0 mm aufweist.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Mediendüse (7) als zentrale Mitteldüse ausgebildet und coaxial von

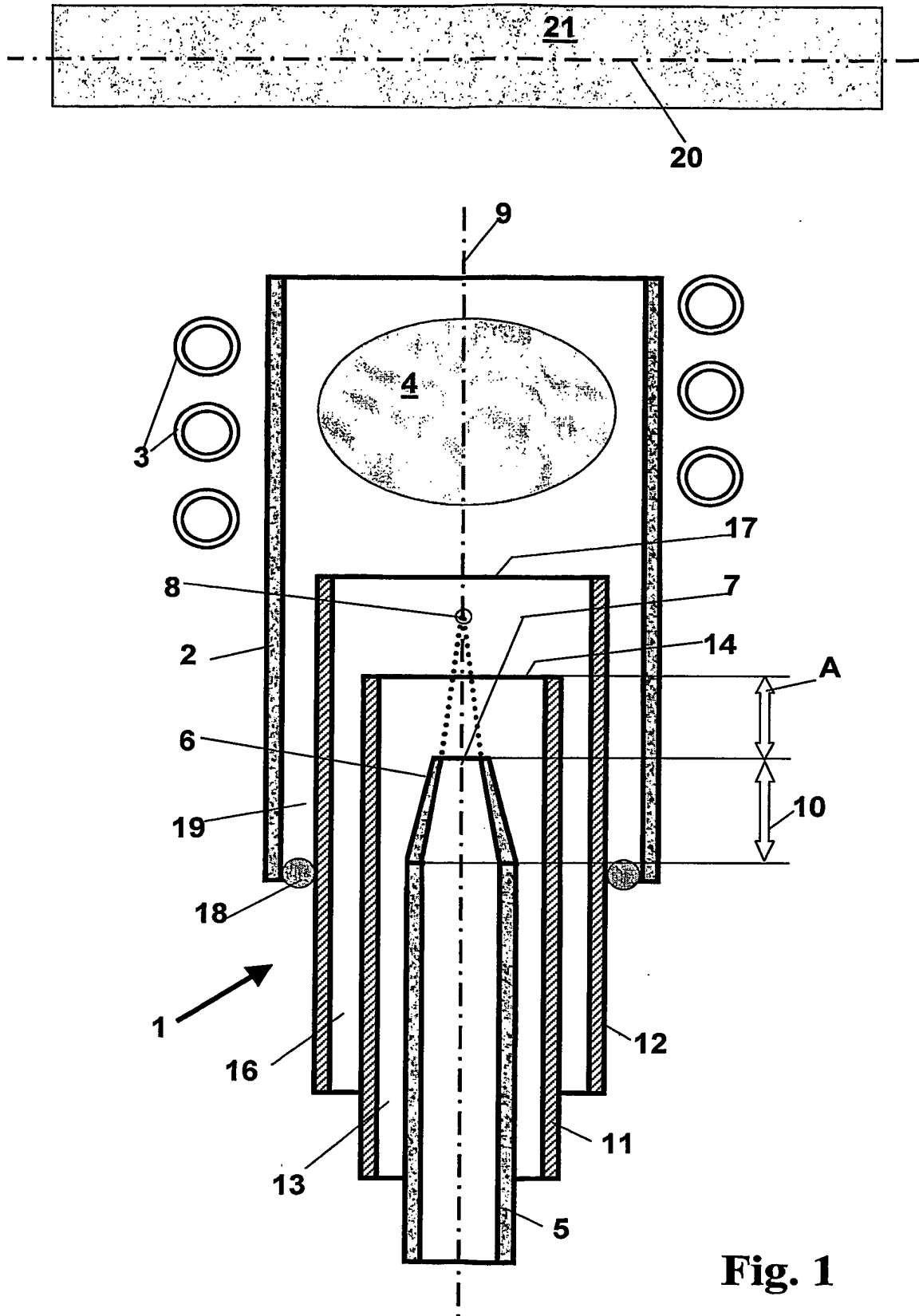
einer ringspaltförmigen Arbeitsgasdüse (14), die als Diffusor ausgebildet ist und sich in einem Erweiterungsbereich in Richtung auf die Plasmazone (4) kontinuierlich erweitert, umgeben ist.

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass der Erweiterungsbereich eine Länge von mindestens 5 mm, vorzugsweise mindestens 8 mm aufweist.
15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Mediendüse (7) eine Düsenöffnung aufweist, die in einer ersten, senkrecht zur Mittelachse (9) verlaufenden Düsenebene verläuft, und dass die Arbeitsgasdüse (14) eine Düsenöffnung aufweist, die in einer zweiten, senkrecht zur Mittelachse verlaufenden Düsenebene verläuft, wobei - in Strömungsrichtung gesehen - die erste Düsenebene der zweiten Düsenebene um eine Länge zwischen 5 mm und 35 mm, vorzugsweise zwischen 13 mm und 33 mm vorgelagert ist.
16. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Vorrichtungsansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Mediendüse (7) von einem Quarzglasrohr gebildet wird.
17. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Vorrichtungsansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Mediendüse (7) als zentrale Mitteldüse ausgebildet und von mindestens zwei Ringspaltdüsen (14; 17) für die Zufuhr von Sauerstoff zu der Plasmazone (4) coaxial umgeben ist.

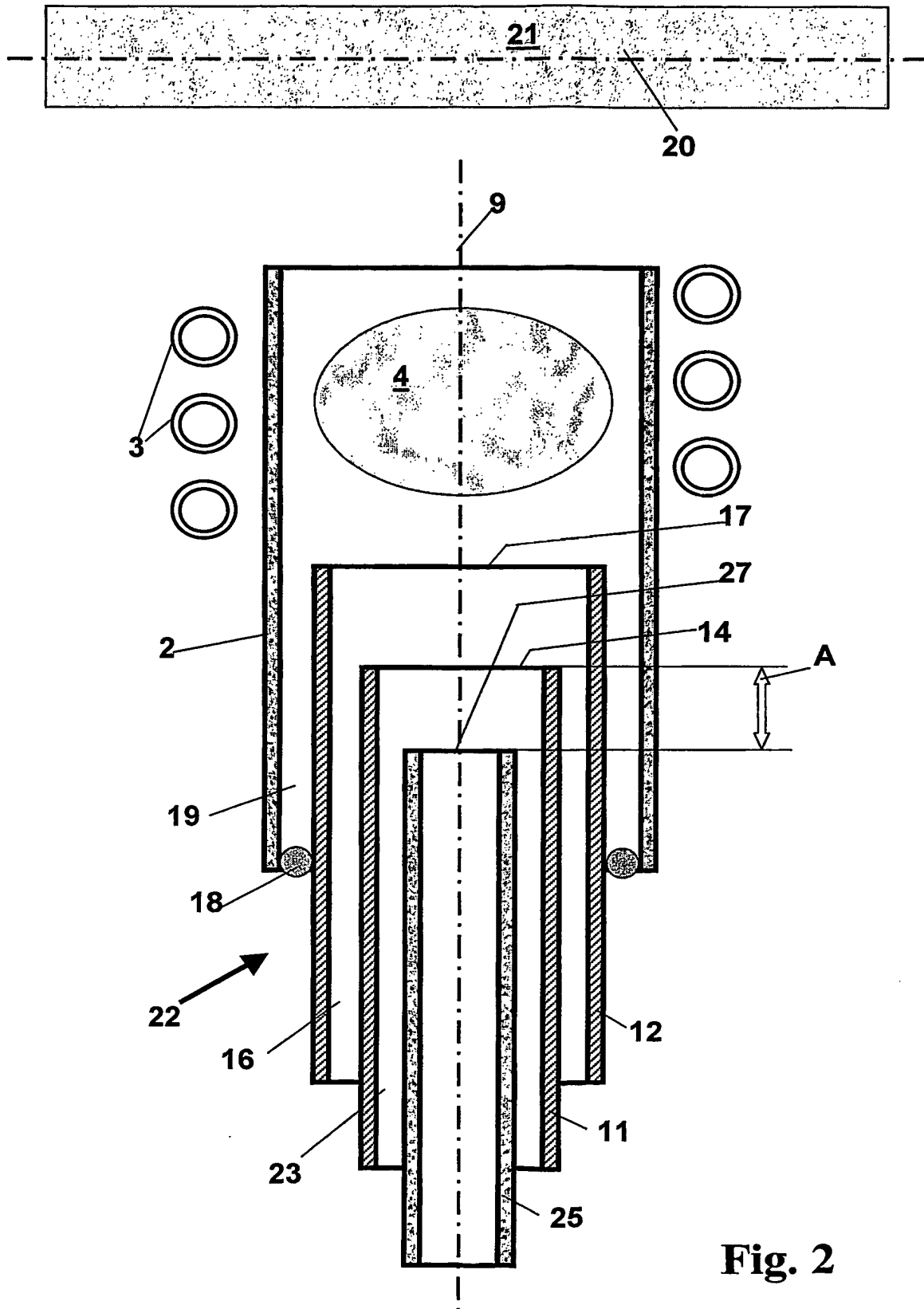
Zusammenfassung

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung einer Vorform aus synthetischem Quarzglas mittels eines plasmaunterstützten Abscheideverfahrens

Es ist ein Verfahren zur Herstellung einer Vorform aus synthetischem Quarzglas mittels eines plasmaunterstützten Abscheideverfahrens bekannt, bei dem einem mehrdüsigem Abscheidebrenner ein wasserstofffreier Medienstrom enthaltend ein Glasausgangsmaterial und ein Trägergas zugeführt wird, das Glasausgangsmaterial mittels des Abscheidebrenners in eine Plasmazone eingebracht und darin unter Bildung von SiO_2 -Partikeln oxidiert wird, und die SiO_2 -Partikel auf einer Ablagerungsfläche abgeschieden und dabei direkt verglast werden. Um hiervon ausgehend die Abscheideeffizienz zu erhöhen, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, dass der Medienstrom mittels des Abscheidebrenners (1) in Richtung auf die Plasmazone (4) fokussiert wird. Ein zur Durchführung des Verfahrens geeigneter mehrdüsiger Plasmabrenner, der mit einer Mediendüse für die Zufuhr eines Medienstroms zu der Plasmazone versehen ist, zeichnet sich dadurch aus, dass die Mediendüse (7) fokussierend in Richtung auf die Plasmazone (4) ausgebildet ist.

**Fig. 1**

BEST AVAILABLE COPY

**Fig. 2**

BEST AVAILABLE COPY